

VEREIN
 DEUTSCHER
 INGENIEURE

Messung gasförmiger Immissionen
 Messen der Fluor-Ionen-Konzentration
 Silberkugel-Sorptionsverfahren mit
 Vorabscheidung und elektrometrischem Nachweis

VDI 2452
 Blatt 2

Gaseous air pollution measurement.
 Determination of fluoric ion concentration.
 Preseparation and electrometric detection.

*Der Entwurf dieser Richtlinie wurde mit Ankündigung im
 Bundesanzeiger einem öffentlichen Einspruchsverfahren
 unterworfen.*



Inhalt	Seite
Vorbemerkung	2
1. Grundlage des Verfahrens	3
2. Geräte und Chemikalien	3
2.1. Geräte	3
2.2. Chemikalien	4
3. Aufbau des Meßplatzes	4
4. Durchführen der Messung	4
4.1. Probenahme	4
4.2. Analytische Bestimmung	4
5. Kalibrierung und Überprüfen der Analysenfunktion	5
6. Berechnen des Ergebnisses	5
7. Verfahrenskenngrößen	5
7.1. Nachweisgrenze	5
7.2. Untere Grenze des Meßbereiches	5
7.3. Standardabweichung und Reproduzierbarkeit	5
7.4. Störeinflüsse	6
8. Einsatzmöglichkeit und Wartung	6
Schrifttum	6

VDI-Kommission Reinhaltung der Luft
 Arbeitsgruppe Messen von Fluor-Ionen
 im Ausschuß Messen von Gasen

Vorbemerkung

Anorganische Fluorverbindungen können als partikel- und/oder gasförmige Emissionen im wesentlichen in folgenden Industriezweigen auftreten:

- Superphosphatfabriken
- Aluminiumhütten
- Ton- und Steinzeugwerke
- Eisenhüttenbetriebe
- Glasfabriken
- Emailierwerke
- Herstellung und Verwendung von Flußsäure
- Verbrennungsprozesse aller Art

Die toxische Wirkung gasförmiger Fluorverbindungen auf Pflanzen kann schon bei Konzentrationen von wenigen $\mu\text{g F}^-/\text{m}^3$ Luft gegeben sein. Der genauen Messung der Fluor-Ionen-Konzentration kommt deshalb eine besondere Bedeutung zu. Sie beschränkt sich im wesentlichen auf die Bestimmung des in Form von Fluorwasserstoff

auftretenden Fluors. Daneben spielt die Bestimmung der partikelförmigen Fluorverbindungen eine geringe Rolle.

Zwischen gasförmigen Fluor-Immissionen und fluorhaltigen festen oder flüssigen Partikeln läßt sich weder theoretisch noch praktisch streng unterscheiden. Der Übergang zwischen lockeren Molekülverbänden und kleinsten Partikeln ist sicher als fließend anzusehen [1,2].

Der Begriff „gasförmige Fluor-Immissionen“ kann deshalb nicht auf die molekulardispers vorliegenden Fluorverbindungen beschränkt werden.

Das nachfolgend beschriebene Verfahren [2] erfaßt alle molekulardispers vorliegenden Fluor-Verbindungen und einen unbestimmten Anteil partikelförmiger Immissionen. Dieser Anteil partikelförmiger Fluor-Verbindungen kann bewirken, daß hohe Konzentrationswerte gemessen werden, die nicht allein auf gasförmige Fluor-Verbindungen zurückgeführt werden können. Bei der Beurteilung des Ergebnisses ist dies zu berücksichtigen.

1. Grundlage des Verfahrens

Die von der Hauptmenge der Partikeln befreite Probeluft wird mittels einer Pumpe durch ein Sorptionsrohr gesaugt, das mit natriumcarbonatbeschichteten Silberkugeln gefüllt ist. Die in dieser Sammelphase angereicherten Fluorionen werden mit einer fluoridhaltigen, sauren Pufferlösung (Abschn. 2.2 und 7.4) eluiert und der analytischen Bestimmung zugeführt. Diese wird nach dem hier beschriebenen elektrometrischen Verfahren vorgenommen (Lanthanfluorid-Elektrodenkette).

Das Destillationsverfahren nach Richtlinie VDI 2452 Bl. 1 (Impingerverfahren) ist hier nicht anwendbar, da die mitabgeschiedenen, aufgeschlossenen Partikeln vollständig erfaßt werden; beim beschriebenen elektrometrischen Verfahren der vorliegenden Richtlinie werden sie nur zum Teil erfaßt [3].

2. Geräte und Chemikalien

2.1. Geräte

Die Probenahmereinrichtung besteht aus:

Staubvorabscheider

hergestellt aus Polypropylen, Bild 1.

Sorptionsrohr, Bild 2

aus Quarzglas, gefüllt mit rd. 60 g präparierten Silberkugeln mit einem Durchmesser von 3 mm. Füllhöhe der Silberkugeln im Sorptionsrohr rd. 110 bis 120 mm.

Filter

zum Schutz der Saugpumpe

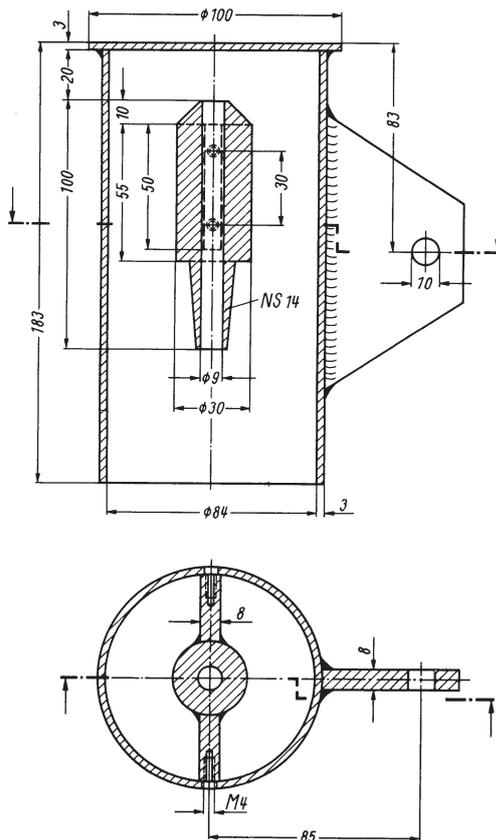


Bild 1. Vorabscheider
Material: Polypropylen

Saugpumpe

mit einer Förderleistung von 2 m³/h bei vorgeschaltetem Sorptionssystem

Kühler

aus gewendelttem Kupferrohr, Länge 1 m, Rohr-Innen-durchmesser 5 mm

Gasmengenzähler

(trocken) geeignet für einen Volumenstrom von 2 m³/h

Die Analysenapparatur besteht aus:

Lanthanfluorid-Elektrode mit

Bezugselektrode z.B. gesättigte Kalomel-Elektrode oder *kombinierte Lanthanfluorid-Einstabmeßkette*

Millivoltmeter

(hochohmig); Ri ≥ 1 M Ω; Kl. 0,2; Skalenteilung 0,1 mV/Skt. (entspricht Δ pF = 10⁻³); z.B. Digital- mV-Meter oder Millivoltmesser entsprechender Empfindlichkeit

Thermostat

zur Thermostatisierung der Meßlösung (z.B. Luftbad oder Doppelmantelgefäß)

Magnetrührer

Glaselektroden-Einstabmeßkette

zum Einstellen des pH-Wertes der Pufferlösung

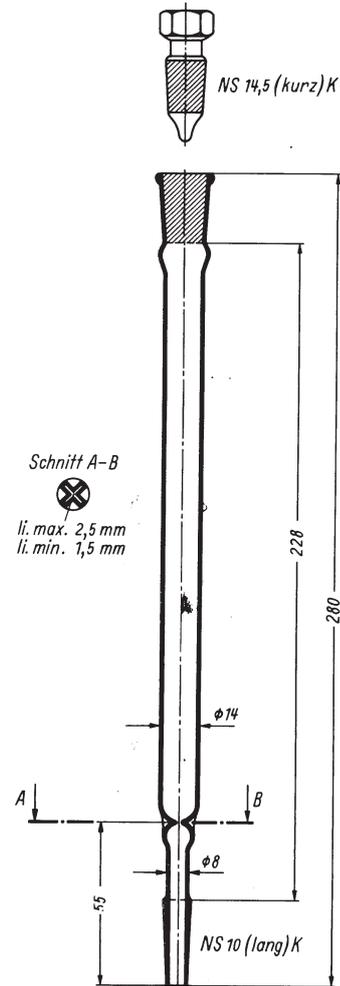


Bild 2. Sorptionsrohr
Material: Quarz